



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ

ÚSTAV MATERIÁLOVÝCH VĚD A INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING

INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING

HODNOCENÍ MIKROSTRUKTURY NIKLOVÝCH SUPERSLITIN S VYUŽITÍM OBRAZOVÉ ANALÝZY

CLASSIFICATION OF MICROSTRUCTURE OF NICKEL-BASE SUPERALLOYS WITH
IMAGE ANALYSIS USING

DIPLOMOVÁ PRÁCE

MASTER'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Bc. MILAN VOLF

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

Ing. KAREL NĚMEC, Ph.D.

BRNO 2011

Seznam odborné literatury:

1) Jonšta, Z.: Žárupevné oceli a slitiny. 1. vyd. Žilina, ZUSI, 2002. 389 s. ISBN 80-968605-6-9

2) Donachie, M. J. : Superalloys. A technical guide. 2nd ed. Materials Park, ASM International.

2002. 437 s. ISBN 0-87170-749-7

3) Durand-Charre, M.: The Microstructure of Superalloys. Amsterdam, Gordon and Breach

Science Publ. 1997. 124 s. ISBN 90-5699-097-7

Vedoucí diplomové práce: Ing. Karel Nemec, Ph.D.

Termín odevzdání diplomové práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2010/2011.

V Brně, dne 29.10.2010

ABSTRAKT

V provozních podmínkách spalovacích turbín proudových motorů jsou lopatky oběžných kol namáhány časově, teplotně a napětově proměnnými cykly zatěžování. Během provozu jsou lopatky vystaveny řadě degradačních vlivů, zejména vysokoteplotní korozi, únavovým procesům a creepu.

Předložená práce se zabývá studiem struktury lité superslitiny INCONEL 713 LC, podrobené creepovým zkouškám. Strukturní změny (degradace) byly hodnoceny s pomocí obrazové analýzy. Creepovými zkouškami niklové superslitiny Inconel 713 LC při konstantním zatížení v rozsahu teplot 750 až 950°C byly modelovány provozní podmínky žárových částí, používaných v plynových turbínách a turbokompresorech. Po lomu zkušebních tyčí byly metodami světelné a elektronové mikroskopie a obrazové analýzy analyzovány změny ve struktuře v závislosti na době, teplotě a aplikovaném napětí.

ABSTRACT

During operational conditions of internal combustion turbines of turbojet engines, the impeller are stressed by load cycles which vary in time, temperature and stress. In the course of operation, the blades are exposed to a considerable number of degradation effects, particularly high-temperature corrosion, fatigue processes and creep.

The presented work is aimed at the study of the structure cast nickel-base superalloy INCONEL 713 LC, creep tests exposed. The structural changes (degradation) was clasification by the help of image analyses. Operational conditions of heat parts, used in gas turbines and turbo-compressors, were simulated by creep tests of Inconel 713 LC nickel superalloy during a constant load of temperatures ranging from 750 up to 950°C. Changes in the structure dependent upon time, temperature and stress applied were analysed by means of light and electron microscopy methods and image analyses after the fracture of test bars.

KLČOVÁ SLOVA

Niklové superslitiny, Inconel 713 LC, vysokoteplotní creep, elektronová mikroskopie, obrazová analýza.

KEY WORDS

Nickel superalloys, Inconel 713 LC, high temperature creep, electron microscopy, image analyses.

VOLF, M. *Hodnocení mikrostruktury niklových superslitin s využití obrazové analýzy*.
Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2011. 43s.

Vedoucí diplomové práce Ing. Karel Němec, Ph.D.

PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že jsem diplomovou práci vypracoval samostatně, a že všechny použité literární zdroje jsem správně a úplně citoval. Diplomová práce je z hlediska obsahu majetkem Fakulty strojního inženýrství VUT v Brně a může být využita ke komerčním účelům jen se souhlasem vedoucího diplomové práce a děkana FSI VUT v Brně.

V Brně dne: 26.5.2011

Milan Volf

PODĚKOVÁNÍ

Děkuji svému školiteli Ing. Karlu Němcovi Ph.D. za cenné rady při diplomové práci.

Obsah

OBSAH	5
1 ÚVOD.....	6
2 NIKLOVÉ SUPERSLITINY	7
2.1 CHEMICKÉ SLOŽENÍ NIKLOVÝCH SUPERSLITIN.....	7
2.1.1 Prvky matrice slitiny.....	8
2.1.2 Prvky zpevňující fáze.....	9
2.1.3 Prvky v karbidech.....	9
2.1.4 Prvky stabilizující povrch.....	9
2.1.5 Příměsi	10
2.2 MIKROSTRUKTURA NIKLOVÝCH SUPERSLITIN	11
2.2.1 Fáze γ	13
2.2.2 Fáze γ'	14
2.2.3 Karbidy.....	15
2.2.4 Fáze γ''	16
2.2.5 Intermetalické fáze topologicky těsně uspořádané.....	16
2.3 MECHANISMUS ZPEVNĚNÍ Ni-SUPERSLITIN	16
2.3.1 Anomálie teplotní závislosti mechanických vlastností.....	17
2.3.2 Mechanismus zpevnění koherentními precipitáty.....	18
2.4 CREEP.....	20
2.4.1 Dislokační creep.....	21
2.4.2 Difúzní creep	22
2.5 VLIV TEPLOTY A NAPĚTÍ NA STRUKTURU NIKLOVÝCH SUPERSLITIN	23
3 OBRAZOVÁ ANALÝZA	26
3.1 SNÍMÁNÍ, DIGITALIZACE A ULOŽENÍ OBRAZU V PC	26
3.2 PŘEDZPRACOVÁNÍ	27
3.3 SEGMENTACE OBRAZU NA OBJEKTY	29
3.4 POPIS OBJEKTŮ - POROZUMĚNÍ OBSAHU OBRAZU	30
4 CÍLE PRÁCE	31
5 METODIKA EXPERIMENTŮ	32
5.1 POUŽITÝ MATERIÁL.....	32
5.2 PŘÍPRAVA EXPERIMENTÁLNÍCH VZORKŮ	33
5.3 SVĚTELNÁ MIKROSKOPIE	33
5.4 RASTROVACÍ ELEKTRONOVÁ MIKROSKOPIE	34
5.5 OBRAZOVÁ ANALÝZA	34
6 VÝSLEDKY EXPERIMENTŮ A JEJICH DISKUSE	36
7 ZÁVĚR.....	44
8 LITERATURA	45

1 ÚVOD

V provozních podmínkách, např. spalovacích turbín proudových motorů, jsou superslitiny resp. součásti z nich vyrobené namáhány časově, teplotně a napěťově proměnnými cykly. Během provozu jsou vystaveny řadě degradačních vlivů, zejména vysokoteplotní korozi, únavovým procesům a creepu. V důsledku současného působení vysokých teplot a provozního napětí dochází k nevratným změnám mikrostruktury superslitin i jejich vlastností.

Předkládaná práce je zaměřena na studium a vyhodnocení mikrostruktury ve výchozím stavu a po tepelné a tepelně-napěťové expozici. Snahou bude kvantifikovat změny mikrostruktury vlivem zatěžování pomocí obrazové analýzy.

2 NIKLOVÉ SUPERSLITINY

Krátce před druhou světovou válkou se objevila skupina materiálů s vysokou tepelnou odolností a dobrými pevnostními vlastnostmi při vysokých teplotách. Pro tyto materiály se začal užívat název „superslitiny“. Hlavním stimulem jejich rozvoje bylo pochopení významu precipitačního vytvrzení Ni-Cr slitin pomocí přísad Al a Ti, pro zvýšení jejich mechanických vlastností. Jev precipitace byl znám již dříve, ale až v roce 1940 byla v Anglii patentována první vytvrditelná žárupevná niklová slitina na bázi Ni-Fe-Cr, nazvaná Nimonic 80. V USA byla o rok později patentována vytvrditelná žárupevná slitina na bázi Ni-Fe-Cr, pod názvem Inconel X.

Vývoj těchto slitin byl podmíněný nejnovějšími požadavky na kvalitní materiál v turbokompresorech a u nově objevených leteckých plynových turbín. Druhá světová válka jen urychlila jejich rozšíření, uplatnění a zdokonalení jejich vlastností. Tyto slitiny byly odvozené od žárupevných slitin typu Ni-20Cr, používaných už od začátku našeho století pro výrobu topných prvků. V začátcích to byly slitiny, kde byl jako základ používán Co nebo Ni. Nové cesty vývoje a velká možnost uplatnění v 50-tých a 60-tých letech, však otázku použití Co proti Ni bázi rozhodly ve prospěch niklu. V těchto letech byly objeveny a vyzkoušeny slitiny v tvářeném stavu na bázi Ni a Ni-Fe.

Přestože se podařilo posunout použití superslitin blíže k teplotám jejich tavení, materiáloví inženýři stále hledají možnosti, jak pracovní teploty ještě zvýšit. Uplatnění nacházejí materiály, které jsou charakteristické absencí hranic zrn, tedy monokrystaly. Dále byl nárůst pevnosti při vysokých teplotách dosažen metodou řízené krystalizace, která umožňuje zvýšit pracovní teplotu v turbíně asi o 50 °C. Dalším způsobem, jak výrazně zlepšit vlastnosti těchto materiálů, je prášková metalurgie a použití kompozitních materiálů nebo kombinace těchto technologií. Vzhledem k důležitosti leteckého průmyslu jsou niklové superslitiny jednou z nejhluběji sledovaných oblastí kovových materiálů [1,2].

2.1 CHEMICKÉ SLOŽENÍ NIKLOVÝCH SUPERSLITIN

Z niklových superslitin se vyrábí žárupevné součásti, které pracují při teplotách 600 - 1100°C, tedy nad oblastí aplikace austenitických ocelí. Nejčastěji jde o lopatky plynových turbin či turbíny tryskových motorů. Na tento materiál je kladena řada extrémních požadavků, jako např. žárupevnost za vysokých teplot, odolnost vůči únavovému poškození, odolnost vůči agresivnímu působení spalin atd. Dlouhodobá životnost a spolehlivost materiálu je přímo spojena s jeho chemickým složením a mikrostrukturou.

Obsahy legur se pohybují přibližně v rozmezích (hm%): 3 - 30% Cr, 5 - 20% Co, 2 - 10% W, 1 - 6% Al, 0,5 - 5% Ti, 1 - 4,5% Ta, 1 - 2% Nb, 0,7 - 1,8% Hf, 0,05 - 0,2% C a malé množství B, Zr, Ce. Základním významem těchto legur je [2]:

- Co zamezuje tvorbě karbidů na hranicích zrn a zvyšuje rozpustnost Al a Ti
- Cr a Al poskytují slitině odolnost proti korozi
- Al a Ti vstupují do vytvrzující fáze γ' $\text{Ni}_3(\text{Al,Ti})$, případně Ti samotný do fáze Ni_3Ti známé jako η
- těžké prvky jako Cr, Mo, W, Ta, Nb zpevňují tuhý roztok γ nebo jako karbidotvorné prvky vstupují do karbidických fází
- B, C a Hf zpevňují hranice

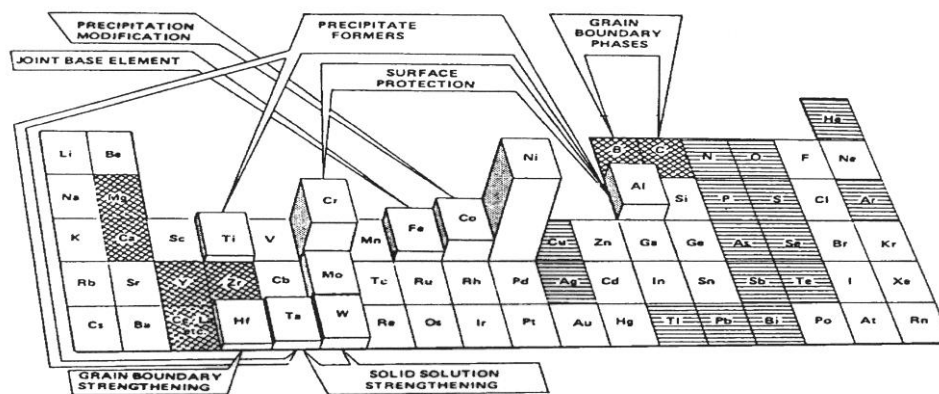
Komplexní význam legur je uveden v tabulce 1 a na obr. 1.

Tab. 1: Komplexní vliv legur [5]

Tvorba strukturních součástí		Prvky
Substituční zpevnění matrice		Co, Cr, Mo, Fe, W, Ta
Tvorba koherentních precipitátů		Al, Ti, Nb
Tvorba karbidů	MC	W, Ta, Ti, Mo, Nb
	M_7C_3	Cr
	M_{23}C_6	Cr, Mo, W
	M_6C	Mo, W
Tvorba karbonitridů $\text{M}(\text{CN})$		Ti, Zr, Nb, Hf
Tvorba nežádoucích fází (TCP)		Cr, Mo, W, Fe, Nb, Ni, Co
Vlastnosti		Prvky
Korozní odolnost		Al, Cr, Ta
Zlepšení vysokoteplotní korozní odolnosti		La, Th
Zpevnění hranic zrn		B, Zr, Hf
Odolnost proti sulfidům		Cr

2.1.1 Prvky matrice slitiny

Matrici slitiny, tuhý roztok γ , tvoří železo, nikl a kobalt. Jejich koncentrace ovlivňuje rozpustnost ostatních legujících prvků. Fázi γ stabilizují titan a tantal. Pro snížení ceny slitiny lze částečně nahradit nikl železem. Zvýšením obsahu železa klesá žáruvzdornost a pevnost za vysokých teplot. S rostoucím obsahem železa roste i náchylnost slitin niklu k vylučování nežádoucí intermetalické fáze γ . Kobalt stabilizuje tuhý roztok γ . Kobalt se přidává především pro zvýšení žárupevnosti a zajištění dostatečných technologických vlastností superslitiny [3, 4].



Obr. 1: Vliv legur na vlastnosti niklových superslitin [5]

Pro zvýšení pevnosti matrice superslitiny γ (substituční zpevnění) se přidávají W, Mo, a Cr. W a Mo mají větší zpevňující účinek než Cr, ale jejich rozpustnost v matrici superslitiny je výrazně menší, než u Cr [4].

2.1.2 Prvky zpevňující fáze

Niklové superslitiny jsou zpevněny nejen substitučně, ale i precipitačně, fází γ' . Prvky precipitátů nejčastěji jsou titan a hliník, tvořící fáze typu Ni_3Al a $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$. Výhodou je jejich stabilita při vysokých teplotách. Hliník ve fázi γ' lze nahradit titanem, vanadem, niobem či tantalem. Fáze γ' precipituje koherentně a zpevňuje niklovou matrici [3, 4].

2.1.3 Prvky v karbidech

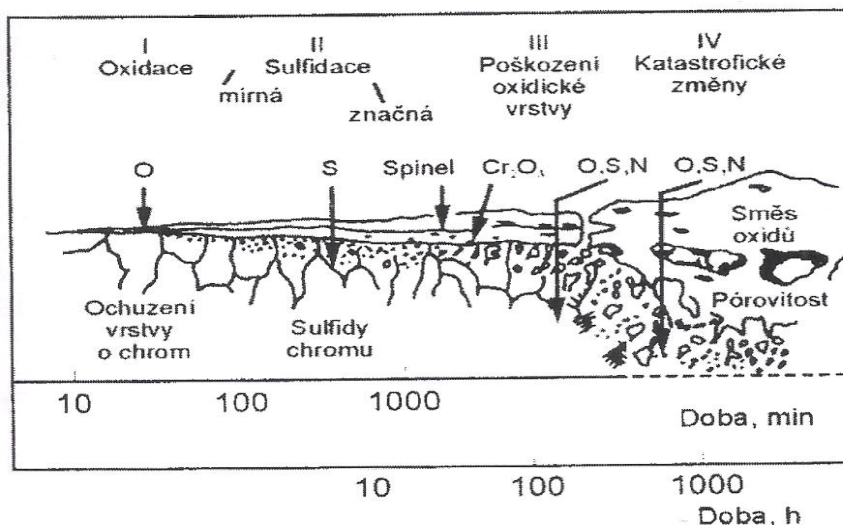
Ve struktuře niklových superslitin se objevují čtyři základní typy karbidů: MC, M_6C , M_7C_3 , M_{23}C_6 . Primárními karbidy typu MC mohou být Ti, W, Ta, Nb a Hf. Další, výše uvedené karbidy, tvoří Cr, Mo, či Nb. Karbid chromu Cr_{23}C_6 má vysokou stabilitu a odolnost proti tečení. Vylučuje se hlavně na hranicích zrn a v defektech struktury. Karbidy Ti, Ta, V a Nb stabilní nejsou a už při středně vysokých teplotách dochází k jejich rozpuštění. Ve struktuře niklových superslitin se mohou objevit i karbonitridy, které tvoří Ti, Nb, Zr, nebo Hf.

Karbidy v niklových slitinách nejsou příliš žádoucí, proto je obsah uhlíku maximálně snižován. U slitin na odlitky má hodnotu 0,12-0,18% a u tvářených slitin přibližně 0,05% [3, 4].

2.1.4 Prvky stabilizující povrch

Stabilizace povrchu, čili odolnost vůči oxidaci povrchových vrstev, je zajišťovaná hlavně chromem, dále titanem a hliníkem. Na povrchu vznikají ochranné vrstvy Cr_2O_3 a Al_2O_3 , které jsou odolné do relativně vysokých teplot. Tyto prvky vytváří na povrchu kompaktní oxidický film, čímž je snižována další oxidace. Vysokoteplotní koroze u niklových superslitin je vyvolána nejen přítomností kyslíku v pracovním prostředí, ale i dalšími prvky,

jako například sírou, vodíkem, dusíkem, vanadem atd. [3]. Procesy korozního poškození niklových superslitin zobrazuje obr. 2.



Obr. 2: Procesy korozního poškození niklových superslitin [3]

2.1.5 Příměsi

Příměsi se do niklových superslitin dostávají během technologického procesu, nebo je obsahují již výchozí suroviny. Mohou být buď škodlivé nebo užitečné. [3]

Škodlivé prvky:

- zbytkové plyny (H, O, N, Ar, He)
- kovové a metaloidní nečistoty (Pb, Ag, Cu, Bi, Sb, Se, Tl, Te)
- nekovové nečistoty (P, S)

Užitečné prvky:

- rafinační přísady (Ca, Mg, La, Ce)
- minoritní legury (B, C, Zr, Hf)
-

Nejškodlivějšími prvky jsou N, O, a S. Negativní vliv kyslíku a síry lze zredukovat pomocí rafinačních přísad, mikrolegováním nebo technologickým opatřením. Odstranění dusíku je velmi složité a náročné.

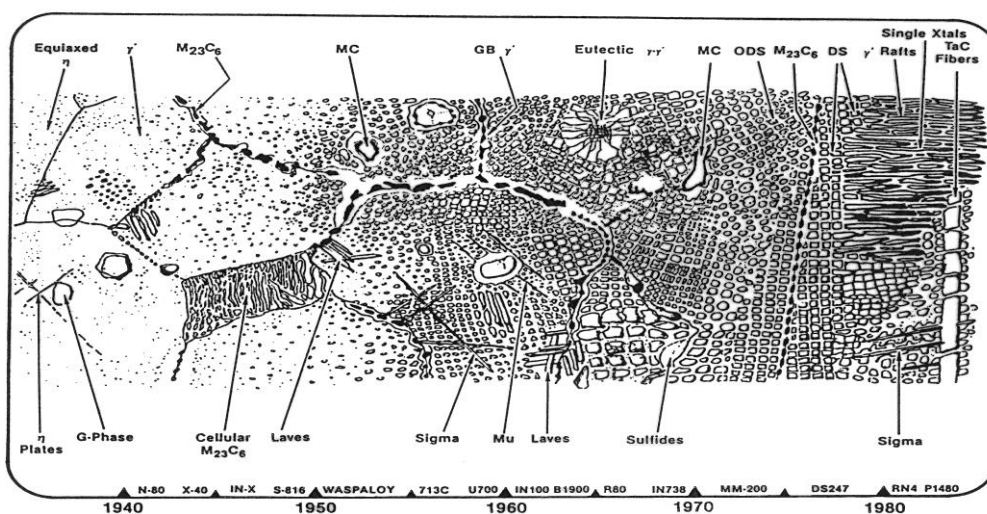
Bor, jeden z užitečných prvků, v obsahu do 0,02% zvyšuje pevnost při tečení. Prvky vzácných zemin, jako například cer, v malých množstvích zvyšují odolnost proti vysoko teplotní oxidaci. Křemík lze také zařadit mezi užitečné prvky, protože při obsahu více jak 0,2% mírně zvyšuje žáruvzdornost [2,3].

2.2 Mikrostruktura niklových superslitin

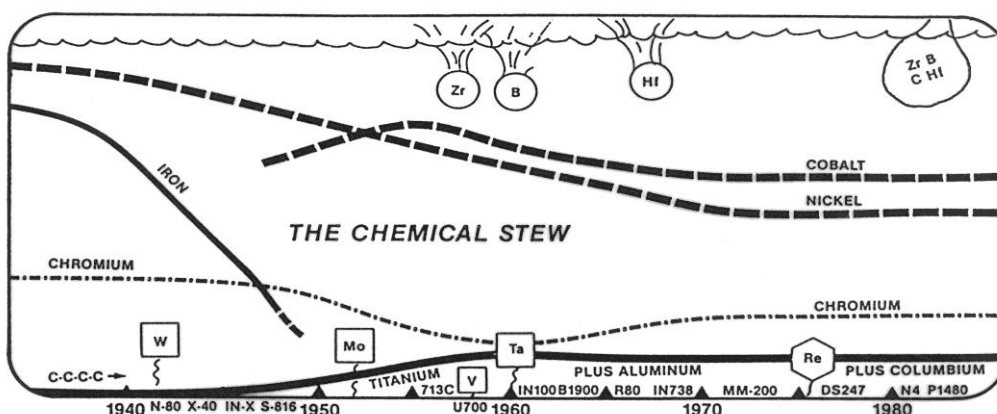
Mikrostruktura superslitin na bázi niklu je tvořena:

- základním tuhým roztokem γ (Ni, Cr, Mo) s mřížkou fcc
- vytvrzující fází γ' (Ni_3Al , Ti) s mřížkou fcc
- primárními karbidy (MC) s mřížkou scc
sekundárními karbidy (M_{23}C_6 , M_6C) s mřížkou fcc
- TCP fáze – σ , μ , Lavesovy fáze s mřížkou BCT, HCP

Mikrostruktura niklových superslitin se s postupem času vyvíjela, jak je vidět na obr. 3 a 4.



Obr. 3: Chronologický vývoj aplikace strukturních součástí superslitin: [5]



Obr. 4: Chronologický vývoj chemického složení superslitin [5]

Žádoucí fáze Typ mřížky	Vzorec fáze	Stručný popis fáze
γ Fcc		Substituční tuhý roztok, matrice
γ' Fcc	Ni_3Al $Ni_3 (Al, Ti)$	Základní zpevňující fáze u většiny Ni superslitin; tvar se mění od kulového ke kubickému; velikost se mění s rostoucí teplotou a dobou namáhání.
γ'' Bct	Ni_3Nb	Zpevňující, metastabilní fáze; tvoří diskovité koherentní částice.
MC Scc	TiC NbC HfC	Různé složení, M může být Ti, Ta, Nb, Hf, Th a Zr; tvoří nepravidelné globule.
$M_{23}C_6$ Fcc	$Cr_{23}C_6$, $Mo_{23}C_6$ $W_{23}C_6$, $Fe_{23}C_6$	Precipituje ve formě globulí, lamel, desek, filmu nebo buňky po hranicích zrn.
M_6C Fcc	Fe_3Mo_3C Fe_3W_3C - FeW_2C Fe_3Nb_3C , Nb_3Co_3C Ta_3Co_3C	Náhodně distribuované karbidy.
M_7C_3 hexagonální	Cr_7C_3	Tvoří nejčastěji deskovité částice na hranicích zrn.
M_3B_2 tetragonální	Ta_3B_2 ' V_3B_2 ' Nb_3B_2 $(Ni,Fe)_3B_2$, Mo_2FeB_2 $(Mo, Ti,$ $Cr)_3 B_2$	Objevuje se v niklových superslitinách s obsahem bóru nad 0,03%.
MN kubická	TiN, ZrN NbN	Nerozpustné pod teplotou tavení;

Nežádoucí fáze Typ mřížky	Vzorec fáze	Stručný popis fáze
η Hcp	Ni_3Ti	Výskyt u slitin s vysokým obsahem Al a Ti po dlouhodobém namáhání; tvoří buňkové útvary na hranicích zrn nebo jehlice uvnitř zrn.
δ ortorombická	Ni_3Nb	Precipitáty ve formě jehlic, uvnitř zrn, při vysokoteplotním stárnutí; vyskytuje se ve slitině Inkonel 718.
μ romboedrická	Co_7W_6 $(Fe,Co)_7(Mo,W)_6$	Objevuje se ve slitinách s vysokým obsahem Mo a W za vysokých teplot. Hrubozrnná Widmanstattenova struktura.
Lavesova hexagonální	Fe_3Nb , Fe_3Ti Fe_3Mo , Co_3Ta , Co_3Ti	V superslitinách Co jako nepravidelné protažené globule.
σ tetragonální	FeCr, FeCrMo CrFeMoNi, CrCo CrNiMo	Ve slitinách na bázi Co; nepravidelné protažené globule.

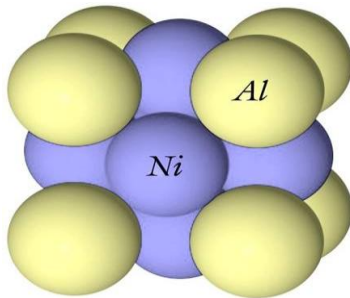
Tab. 2: Typy fází objevujících se ve slitinách niklu [3, 4, 6]

2.2.1 Fáze γ

Fáze γ je základní strukturní složkou niklových superslitin. Je to substituční tuhý roztok s fcc mřížkou. Tuhý roztok γ je nejčastěji obohacován Cr, Co, Mo, Fe, W, Ti a Al, kvůli většímu zpevnění. Největší vliv na zpevnění mají W, Mo, Ta a Nb. Al a Ti taky mají vliv na zpevnění, ale při precipitaci opouštějí matici v podobě fáze γ' . Dojde-li k přesycení matrice γ chromem, molybdenem či wolframem, může dojít k vyloučení stabilních intermetalických fází μ , σ a Lavesovy fáze, které negativně ovlivňují vlastnosti niklových slitin.

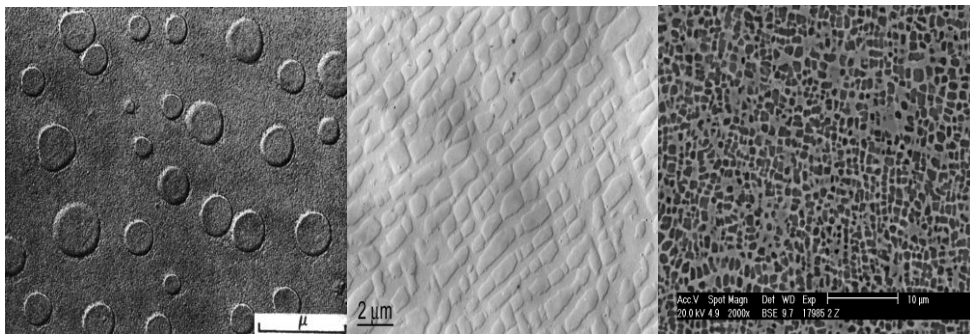
2.2.2 Fáze γ'

Fáze γ' je základní zpevňující fází niklových superslitin. Jde o intermetalickou fázi s fcc mřížkou a chemickým vzorcem $\text{Ni}_3(\text{Al},\text{Ti})$. Objevuje se v tuhém roztoku při obsahu Al větším než 10%. Strukturu uspořádané intermetalické fáze ukazuje obr. 5.



Obr. 5: Struktura uspořádané intermetalické fáze Ni_3Al [7]

Fáze γ' se vylučuje při ochlazování tuhého roztoku γ ve tvaru globulí, krychlí nebo tyčinek. Viz obr. 6.



Obr. 6: Morfologie fáze γ' [7]

Tvar koherentních částic je dán minimem součtu povrchové a deformační energie. Deformační energie je určena mřížkovou neshodou (misfit), orientací a velikostí precipitátu. Pomocí jednoduchého vzorce lze určit mřížkovou neshodu [7].

$$\text{misfit} = \frac{a_{\gamma'} - a_{\gamma}}{a_{\gamma'}} \times 100 = [\%]$$

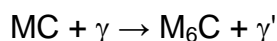
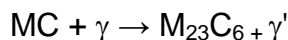
- kulový tvar (- 0,2 až + 0,4 %)
- kubický tvar (- 0,6 až 0 % a 0,4 až 1 %)
- tyčinkový tvar (nad ± 1 %)
- ztráta koherence (nad $\pm 1,25$ %)

2.2.3 Karbidy

Primární karbidy MC - jsou tvořeny uhlíkem s prvky W, Mo, Ta, Ti, Hf a Nb. Mají nepravidelnou kubickou morfologií a vznikají při tuhnutí slitiny jako výsledek eutektické reakce. Tyto částice jsou rozmístěné heterogenně. Vyskytují se uvnitř zrn i po hranicích zrn, velmi často v mezosových oblastech dendritů. Cr, Mo a W se rozpouštějí v karbidu MC a oslabují síly jeho meziatomových vazeb. Tím se může rozpadnout karbid MC na karbidy $M_{23}C_6$ a M_6C . Tento jev se objevuje v karbidech TiC a (Ti,Nb)C při teplotě vyšší jak 815°C . Do této teploty mají prvky Mo a W stabilizující vliv na karbidy MC. Karbidy s poměrem kov: uhlík = 1:1 se mění na karbidy s poměrem 4:1 až 6:1. Tím se zvětší jak velikost karbidu, tak i jejich počet. Při stejném obsahu uhlíku jich bude více. Tomu lze zabránit zvýšením obsahu Nb, čímž dojde ke stabilizaci karbidů MC až do teplot $1200 - 1600^{\circ}\text{C}$. Primární karbidy v niklových superslitinách nejsou moc žádoucí. Při mechanickém nebo tepelném namáhání mohou iniciovat únavovou trhlinu, což následně vede k předčasným lomům. Sleduje se proto jejich velikost a množství, což lze ovlivnit chemickým složením a rychlostí ochlazování slitin [4, 6, 7].

Sekundární karbidy – většinu tvoří karbid M_7C_3 s hexagonální strukturou. Při teplotě nad 1100°C se mění na karbid $M_{23}C_6$ se složitou kubickou strukturou. M_7C_3 se objevuje ve slitinách s nízkým obsahem Cr, které neobsahují jiné karbidotvorné prvky, jako např. W a Mo. $M_{23}C_6$ se objevuje ve slitinách se středním a vysokým obsahem Cr, které mohou obsahovat W a Mo. Potom vzniká karbid typu $\text{Cr}_{21}(\text{Mo}, \text{W})_2\text{C}_6$. Prvky sekundárních karbidů mohou být také Ni, Co a Fe.

Karbid M_6C vzniká za teplot vyšších jak 800°C , je-li obsah těžkovatelných kovů jako např. W, Mo větší než 8%. Nejčastěji to jsou $(\text{Ni},\text{Co})_3\text{Mo}_3\text{C}$ nebo $(\text{Ni},\text{Co})_2\text{W}_4\text{C}$ se složitou kubickou strukturou, podobně jako $M_{23}C_6$. Vyskytuje se především na hranicích zrn. Přeměnu karbidických fází popisují níže uvedené reakce.



Boridy - objevují se v niklových superslitinách s obsahem bóru nad 0,03%. Při obsahu bóru kolem 0,10% se snižuje koncentrace uhlíku až pod 0,05%. Tím dochází k nahrazení karbidů MC, M_6C a $M_{23}C_6$ boridy, nejčastěji typu M_2B , M_3B_2 , M_{23}B_6 , a MB_{12} . Při obsahu bóru větším jak 0,2% může dojít během krystalizace k vyloučení velkých boridů M_3B_2 , které připomínají "čínské písmo" [3,4].

2.2.4 Fáze γ''

Je zpevňující metastabilní fáze Ni_3Nb nebo Ni_3Ta s tetragonální prostorově centrovanou mřížkou. Objevuje se při obsahu Nb větším jak 4% hm. nebo při obsahu 10% Ta. Tvoří diskovité koherentní částice a má podobný vliv jako fáze γ' .

2.2.5 Intermetalické fáze topologicky těsně uspořádané

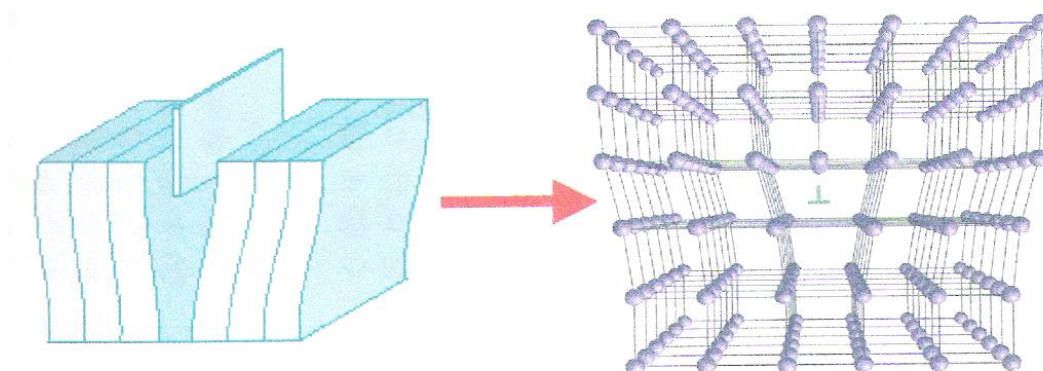
K precipitaci intermetalických fází topologicky těsně uspořádaných dochází při tepelném zpracování, dlouhodobém žíhání nebo za provozních podmínek. Kvůli nežádoucí morfologii precipitátu klesá obsah Mo a W v matrici slitiny, což vede ke snížení žáruvzdornosti a plasticity [3, 4].

2.3 MECHANISMUS ZPEVNĚNÍ Ni-SUPERSLITIN

Při plastické deformaci kovů dochází ke generaci dislokací. Dislokace jsou poruchy krystalické mřížky [8]. Jsou buď hranové, šroubové a nebo jejich kombinace – smíšené. Každá dislokace je charakterizována Burgersovým vektorem \mathbf{b} a vektorem dislokační čáry \mathbf{d} . Dislokace nemůže mít počátek ani konec uprostřed krystalu. Dislokace může končit (začínat) na:

- povrchu krystalu
- hranici zrna
- precipitátu, vměstku, kavitě apod.
- jiné dislokaci
- může vytvářet uzavřenou dislokační smyčku

Mechanické vlastnosti materiálu jsou ovlivňovány dislokacemi zcela zásadním způsobem. Deformační chování kovů a slitin souvisí s dislokační strukturou a vlastnostmi dislokací a jejich chováním. Dislokaci si můžeme představit jako vsunutou polorovinu (v případě hranové dislokace), základní hranová dislokace s Burgersovým vektorem $a/2 \langle 110 \rangle$ je na obr. 7.



Obr. 7: Úplná hranová dislokace [9]

Komplikovaná situace nastává, když jsou dislokace rozštěpené, k tomu může dojít z důvodu, že slitina má nízkou energii vrstevné chyby nebo je tuhý roztok uspořádaný. V tomto případě se dislokace rozštěpí na dva nebo více útvarů - dvě parciální dislokace, jak je vidět na obr. 8. [9]

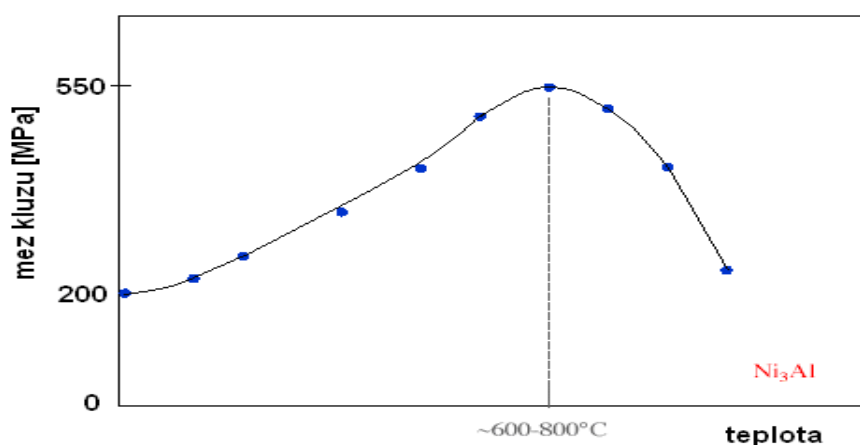


Obr. 8: rozštěpená dislokace [9]

Dvě šroubové vzájemně rovnoběžné dislokace pohyblivé skluzem ve stejné rovině se při rovnosti směrů jejich Burgersových vektorů odpuzují, naopak při rozdílných směrech Burgersových vektorů se tyto dislokace přitahují. Totéž platí také pro hranové dislokace ve stejné situaci. Dvě hranové vzájemně rovnoběžné dislokace pohyblivé skluzem ve dvou rovnoběžných rovinách se nezávisle na směrech jejich Burgersových vektorů mohou odpuzovat i přitahovat, v závislosti na jejich přesné poloze. V určitých specifických polohách je silové působení navíc nulové. [10]

2.3.1 Anomálie teplotní závislosti mechanických vlastností

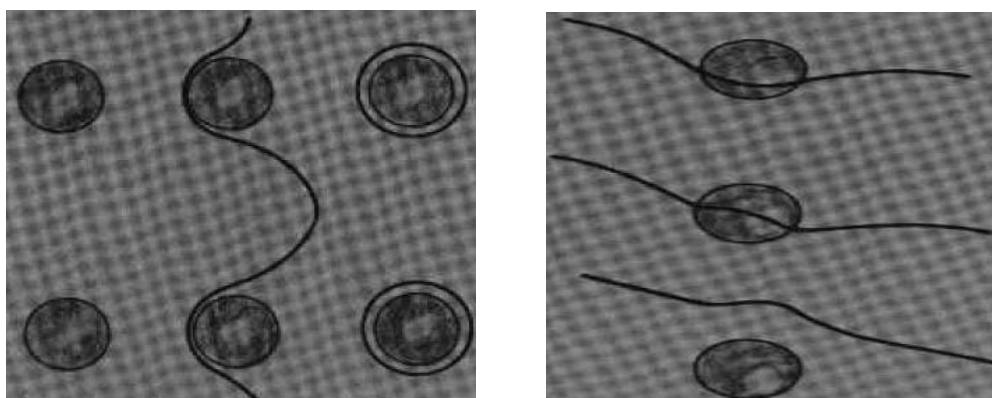
V průběhu plastické deformace musí mít dislokace možnost změnit skluzovou rovinu, aby se vyhnula překážkám. Nejčastěji se tak děje příčným skluzem, tzn. přechodem do jiné skluzové roviny a pak návratem do původní o několik mřížkových parametrů výše nebo níže, tento proces je tepelně aktivován. V uspořádaných tuhých roztocích ovšem nemáme jednoduchou dislokaci, ale soustavu několika dislokací a plošných poruch (superdislokace). Při přechodu do jiné skluzové roviny by se celý tento útvar musel spojit v původní dislokaci, přesunout se do jiné skluzové roviny a pak se zase rozvinout. Je zřejmé, že je to proces energeticky náročný a při určitých podmínkách nemožný. Jelikož některá ze zúčastněných dislokací se nemůže v dané skluzové rovině pohybovat. Vzhledem k tomu, že s teplotou roste tepelná aktivace pohybu dislokací (a tudíž klesá deformační napětí), může také růst šířka rozštěpení superdislokace, výsledkem pak může být deformační napětí, které s teplotou roste, místo aby klesalo. Tento mechanismus vysvětluje anomálii teplotní závislosti mechanických vlastností superslitin na bázi Ni zpevněných fází, což ukazuje obr. 9 [4, 7].



Obr. 9: Anomálie teplotní závislosti mechanických vlastností Ni_3Al [7]

2.3.2 Mechanismus zpevnění koherentními precipitáty

Přidá-li se vhodný přísadový prvek do materiálu, může se podstatně zvýšit skluzové napětí, díky tvorbě precipitátů při uspořádání tuhého roztoku. V případě slitin na bázi niklu má takový účinek hliník, který tvoří precipitáty γ' s uspořádanou mřížkou, koherentní s matricí γ , popisované v předchozím textu [4]. Dislokace pohybující se v Ni slitině s částicemi γ' (Ni_3Al), prochází těmito částicemi, jak je ukázáno na obr. 26b. Na rozdíl od nekoherentních precipitátů nebo cizorodých částic, které jsou dislokacemi obcházeny, což ilustruje obr. 10 a,b.



Obr. 10a,b: Schéma průchodu dislokací nekoherentními a koherentními precipitáty [7]

Zpevnění koherentními precipitáty může nastat:

- Interakcí způsobenou rozdílem mřížkových konstant v částici a základní mřížce.
- Rozdílem měrných energií plošných poruch v precipitátech γ' a matrici γ

-
- The diagram illustrates the three stages of a replication bubble in a circular DNA molecule:
- (a) Initiation:** The replication bubble is just forming. The DNA is labeled "Precipitat" (precipitate) and "Matrice" (matrix). The replication fork is moving clockwise.
 - (b) Elongation:** The replication bubble is larger. The replication fork is moving clockwise.
 - (c) Termination:** The replication bubble has reached the top and is about to collapse. The replication fork is moving clockwise.

Vytvrzování niklových superslitin

The diagram illustrates the relationship between temperature (T [°C]) and the volume percentage of precipitate ($\text{obj. \% } \gamma'$) for two types of heat treatment: solution heat treatment (red circles) and precipitation heat treatment (blue squares). The diagram includes curves for the phase transformation and a vertical line indicating the temperature range for precipitation (980-1020°C).

Legend:

- Red circle: Roztokové žihání (Solution heat treatment)
- Blue square: Precipitační žihání (Precipitation heat treatment)

Temperature ranges indicated on the right:

- 1140-1170°C
- 1070-1110°C
- 980-1020°C

Volume percentage of precipitate ($\text{obj. \% } \gamma'$) indicated at the top:

- 20
- 35
- 45

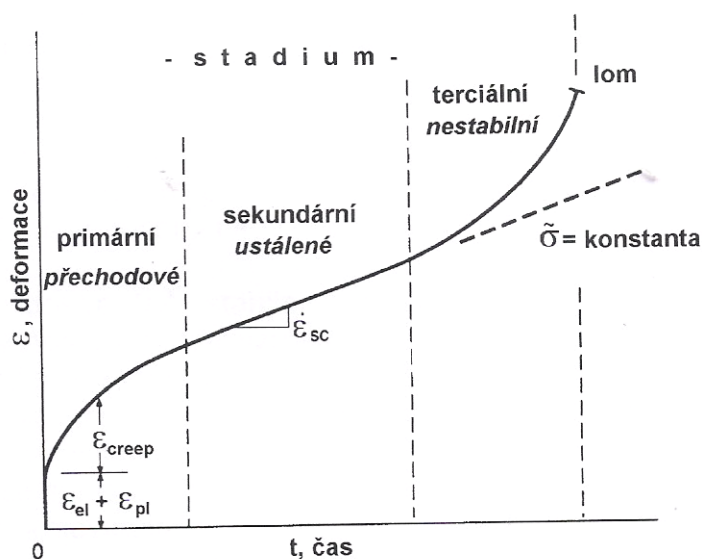
The x-axis is labeled: $\% \text{ prvku tvořící precipitát } \gamma'$ (Percentage of element forming precipitate γ').

19

Stárnutí slitin probíhá při ohřevu na teplotu vyšší, než je teplota funkce součásti, přičemž teploty stárnutí jsou v rozmezí 700 až 950°C. Při stárnutí se z přesyceného tuhého roztoku vylučují precipitáty fáze γ' a karbidy [11].

2.4 CREEP

Synonymem pro creep je tečení. Creep je plastická deformace, ke které dochází při konstantní teplotě a napětí. Čím je vyšší pracovní teplota materiálu, tím je tento jev výraznější. Niklové superslitiny jsou z velké části využívány jako materiál pro výrobu součástí spalovacích turbín a zvláště leteckých motorů. Ty musí odolat vysokým teplotám. Je proto nutné zabývat se creepem, neboli tečením za vysokých teplot. Minimální teplota, nad kterou dochází ke creepu je $0,4T_t$ (teplota tání materiálu). Graficky znázorněná závislost deformace (poměrného prodloužení) na čase se nazývá creepová křivka. Tato křivka charakterizuje (v závislosti na teplotě a napětí) jedno, dvě, případně tři stadia creepu (obr. 16) [3,6].



Obr. 16: Creepová křivka při stálém zatížení a teplotě [6]

V primárním stádium rychlost creepu s časem klesá, se nazývá stádium primárního, nebo také tranzitního creepu. Při nízkých teplotách ($T \leq 0,3 T_t$, u superslitin až $T \leq 0,5 T_t$) se uskutečňuje pouze toto stádium. V tomto stadiu dochází k deformačnímu zpevnění.

Ve druhém (sekundárním) stádiu se rychlost creepu s časem nemění. Plastická deformace je tedy konstantní a minimální. Uskutečňuje se jen u vysokých teplot. Aby nedocházelo ke zpevňování, musí dislokace unikat z oblastí shluků nebo nakupení dislokací. Únikem u hranové dislokace je šplh. Šplhem dislokace překonají překážky skluzu jako precipitáty nebo zakotvené dislokace. Je to řídicí proces, neboť vyžaduje vyšší aktivační energii než

příčný skluz. Kromě šplhání dislokací se zde objevuje vzájemný skluzový pohyb zrn po jejich hranicích. Materiál pak teče tím rychleji, čím menší jsou jeho zrna. Dalším mechanismem tečení, při kterém se rovněž uplatňují hranice zrn, je difúzní tečení. Při tomto ději působí hranice zrn jako zdroj vakancí a také jako past pro vakance, a je závislý na pohybu vakancí resp. intersticiálů napříč zrn.

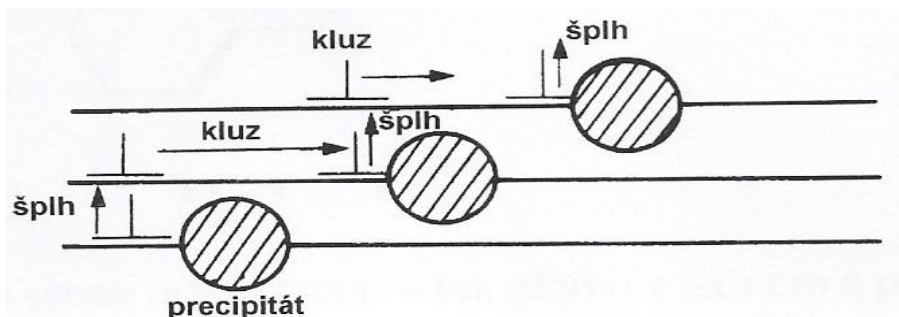
V terciálním stádiu rychlost creepu s časem roste. Větší rychlost tečení signalizuje vznik mikrotrhlinek, které se postupně zvětšují. Až překročí velikostně kritickou mez, dojde k lomu [3,4,6].

2.4.1 Dislokační creep

Při creepu mohou být částice sekundární fáze γ' překážkami pohybu dislokací i při velmi vysokých teplotách a to v případě, že jsou: [3]

- dostatečně stabilní vzhledem ke koalescenci, takže střední vzdálenost mezi nimi vzrůstá v průběhu creepu jen velmi zvolna. Ideální případ představují částice prakticky inertní k matici.
- tvořeny fází vyznačující se v uvažovaném intervalu teplot výrazně vyšším smykovým modulem pružnosti nežli matriční fází. Jinými slovy, částice minoritní fáze jsou za podmínek creepu v podstatě plasticky nedeformovatelné.
- v matici vhodně dispergovány vzhledem k vnějším podmínkám, za nichž creep probíhá.

Vhodné disperze částic γ' se docílí tepelným zpracováním, jehož konečnou fází je rozpad tuhého roztoku (precipitační zpevnění). Rychlost creepu precipitačně zpevněných slitin je řízena procesy závislými na difúzi. Při nízkých napětích překonávají dislokace dispergované částice šplháním (obr. 17).

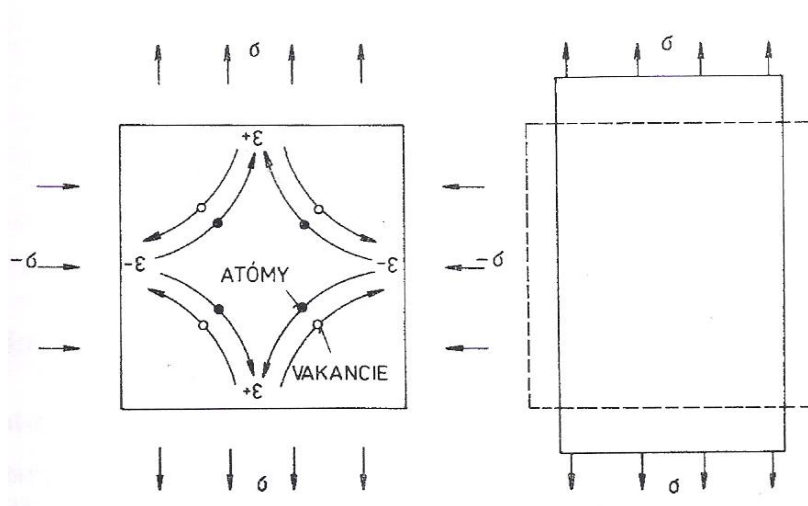


Obr. 17: Šplh dislokací [9]

Při dostatečně vysokých napětích jsou částice překonávány Orowanovým mechanismem (protlačování dislokací mezerami mezi částicemi). Za určitých podmínek mohou dominovat pokluzy po hranicích zrn nebo difúzní creep.

2.4.2 Difúzní creep

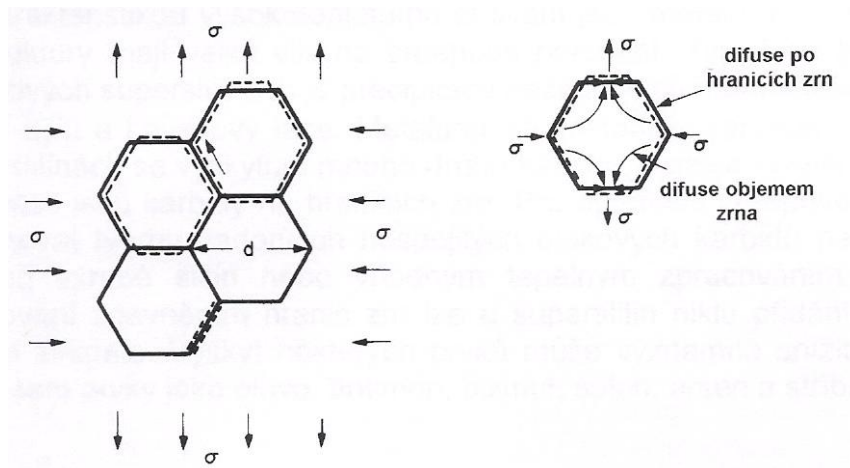
Creep se může uskutečňovat i bez části mřížkových dislokací, a to napětím usměrněnou difúzí vakancí, jak ukazuje obr. 18. Difúze vakancí se nemusí uskutečňovat pouze mřížkou, nýbrž může probíhat hranicemi zrn. Pro difúzní creep je charakteristická lineární závislost rychlosti na napětí. Rychlost dislokačního creepu na středním průměru zrna prakticky nezávisí, zatím co rychlost difúzního creepu je nepřímo úměrná druhé resp. třetí mocnině středního průměru zrna [3].



Obr. 18: Tok vakancí a intersticií při deformaci monokrystalu difúzním creepem [13]

Pokluzy po hranicích zrn

Při difúzním creepu polykrystalů jsou atomy transportovány od hranic, na které působí tlaková síla k hranicím, na které působí tahová napětí, viz. obr. 19. Tím se změní tvar zrn. Přizpůsobení změny tvaru jednotlivých zrn se musí uskutečňovat pokluzy po hranicích zrn. Tím se zamezí vzniku dutin, které by vznikaly na hranicích zrn, která jsou pod tlakovým napětím [13].



Obr. 19: Difúzní creep polykrystalu a tok atomů v polyedrickém zrně [13]

Pokluzy po hranicích zrn mají při difúzním nebo dislokačním creepu zcela odlišnou úlohu. Zatímco při difúzním creepu jsou pokluzy nevyhnutelným důsledkem procesu difúze, při dislokačním creepu se pokluzy nemusí vůbec uskutečňovat, jestliže funguje dostatečný počet nezávislých krystalografických skluzových systémů [13].

2.5 VLIV TEPLOTY A NAPĚTÍ NA STRUKTURU NIKLOVÝCH SUPERSLITIN

Niklové superslitiny jsou precipitačně zpevněné slitiny. Při creepu brání částice sekundární fáze pohybu dislokací, a to i při velmi vysokých teplotách. Jsou překážkami při pohybu dislokací. Musí být ovšem splněny některé předpoklady. Hlavním předpokladem je dostatečná stabilita vzhledem ke koalescenci (růstu velikosti částic - spojování). Potom střední vzdálenost mezi částicemi při creepu roste jen velmi pomalu. Ideální případem jsou částice téměř inertní vzhledem k matici.

Vliv teploty

Působí li na tyto slitiny vysoká teplota, dochází ke zhrubnutí a částečné sferoidizaci (zakulacení částic) precipitátu γ' . Vlivem vysoké teploty dochází také k raftové morfologii, kdy se precipitáty spojují do skupinek a vytvářejí řetízkovité nebo blokové struktury, viz. obr. 13. [7, 12]



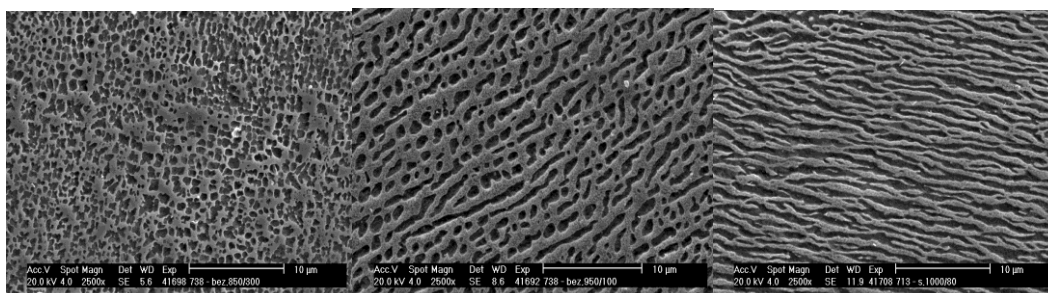
Obr. 13: Spojování precipitátů vlivem vysoké teploty [5]

I když proces spojování precipitátů probíhá náhodně, dochází k usměrněné koalescenci. To je způsobeno především chemickou heterogenitou, vyplívající ze segregace v průběhu tuhnutí. Působením vysoké teploty klesají mechanické vlastnosti [7, 12].

Vliv teploty a napětí

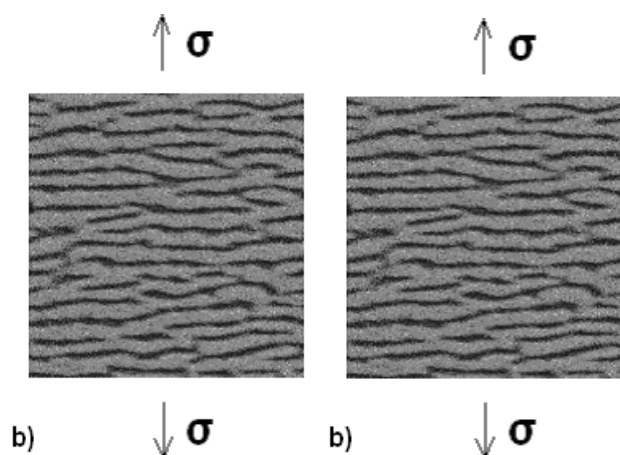
Vlivem působení teploty a napětí dochází k raftingu. Je to hlavní faktor ovlivňující creepové vlastnosti za vysokých teplot. Precipitáty se spojují do skupinek a vytvářejí řetízkovité struktury obr 14.

850 °C – 300 MPa – 250 h 900 °C – 170 MPa – 965 h 950 °C – 100 MPa – 1735 h



Obr. 14: Řetízkovité protažené struktury raftingu [5]

Tento jev způsobuje, že struktura je plně anizotropická. Orientace raftů závisí na orientaci zrn vzhledem k ose zatěžování. Rafty, dle daných podmínek, mohou být rovnoběžné nebo kolmé ke směru osy tahového zatížení. Viz obr. 15. Působením vysoké teploty a napětí klesají mechanické vlastnosti. Tyto vlivy vedou až ke ztrátě koherence [7, 12].



Obr. 15: Rafting precipitátů γ' [5]

Po hranicích zrna dochází k vyčištění matrice od precipitátů γ' . Rafting je nejvýraznější morfologická změna, kterou precipitáty γ' prodělávají. Jejich pravidelný kuboidní tvar se mění na nepravidelný protáhlý. Rozsah deformace těchto částic závisí na krystalografické orientaci jednotlivých zrn matrice vůči vnějšímu napětí a také na vzdálenosti od kritické oblasti průběhu nerovnoměrné deformace (těsné okolí lomu). Dále je možné pozorovat zvýšenou hustotu dislokací v kanálech mezi precipitáty. Lze předpokládat, že hustota dislokací bude větší v kanálech orientovaných shodně s osou zatěžování [12].

3 Obrazová analýza

Obrazová analýza umožňuje nahrazení subjektivního posuzování obrazů pomocí objektivních charakteristik. Obrazy jsou vytvořeny digitální kamerou spojenou s optickými členy. Takto lze pozorovat vzorky v široké škále zvětšení od mikroskopických až do makroskopických rozměrů. Lze použít jak tenké (průsvitné) vzorky, tak i tlusté (neprůsvitné) vzorky. Zpracování obrazové informace na počítači má jako hlavní cíl odstranění šumů a extrakci typických rysů, charakterizujících obraz.

Postup obrazové analýzy lze rozdělit do čtyř etap.

- 1) Snímání, digitalizace a uložení obrazu v počítači
- 2) Předzpracování
- 3) Segmentace obrazu na objekty
- 4) Popis objektů - porozumění obsahu obrazu

3.1 SNÍMÁNÍ, DIGITALIZACE A ULOŽENÍ OBRAZU V PC

První operací při zpracování obrazu je snímání, digitalizace a uložení obrazu v počítači v číselné formě.

Při snímání se převádějí vstupní optické veličiny na elektrický signál. Vstupní informací je nejčastěji jas (z kamery či scanneru). Jas je fotometrická veličina, definovaná jako podíl závislosti elementární plošky zdroje a obsahu průmětu do této plošky do roviny kolmé ke zvolenému směru. Označuje se L a udává se v cd/m^2 [14]

$$L = \frac{dI}{dS \cdot \cos \alpha}$$

Někdy mohou být vstupní informací i jiné fyzikální veličiny jako teplota, ultrazvuk, tepelné záření, vzdálenost od pozorovatele atd. Snímat lze v jednom nebo více spektrálních pásmech. Pro barevné snímání stačí tři spektrální složky (červená, zelená, modrá).

Při digitalizaci se převádí vstupní spojitý signál odpovídající monochromatickému obrazu do diskrétního tvaru. Vstupní analogový signál je popsán funkcí $f(i,j)$ dvou proměnných (souřadnice v obraze). Funkci $f(i,j)$ se obvykle říká obrazová funkce. Dále je vstupní signál vzorkován a kvantován. Výsledkem je matice přirozených čísel popisujících obraz. Jednomu prvku

matice se říká obrazový element - pixel (anglicky picture element). U zpracování obrazu je pixel (bod) nedělitelná jednotka. Digitalizace spočívá ve vzorkování obrazu v matici $M \times N$ bodů a v kvantování spojitě jasové úrovně každého vzorku do K intervalů. Díky kvantování nabývá jasová funkce v digitalizovaných obrazech celočíselných hodnot [15].

3.2 PŘEDZPRACOVÁNÍ

Druhou operací při zpracování obrazu je předzpracování obrazu. Tím se potlačí šum a zkreslení vzniklé při digitalizaci a přenosu obrazu. Předzpracování také může zvýraznit nějaké charakteristické rysy obrazu podstatné pro další zpracování.

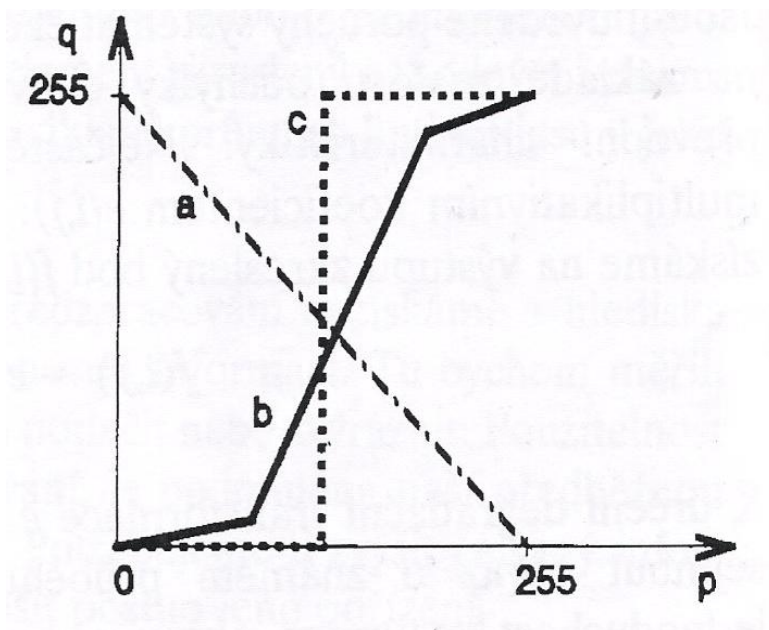
Snímací a digitalizační zařízení by měly být stejně citlivé, bez ohledu na polohu bodu v obraze. Ve skutečnosti tomu tak není. Například světlocitlivá vrstva snímací elektronky nebo CCD prvku kamery nemusí být ve všech svých bodech stejně citlivá, nebo osvětlení není rovnoměrné. Také světlo v optických soustavách je zeslabováno, prochází li dále od optické osy.

Vstupem i výstupem metod předzpracování jsou matice, které jsou vlastně digitální obrazovou funkcí. Matice, jejíž prvky jsou celá čísla, je nejčastější datový zápis vyjádření obrazu. Prvky matice odpovídají jasu nebo jiné fyzikální veličině v daném bodě vzorkovací mřížky. Obrazová data jsou výstupem snímacího zařízení jako je např. scanner.

Metody předzpracování využívají velkého množství informací v obraze. Sousední pixely mají stejnou nebo podobnou hodnotu jasu. Najde li se tedy pixel zkreslený náhodným šumem, lze jeho hodnotu opravit na základě průměru hodnot jasu v jeho vybraném okolí. Hodnoty jasu jsou u digitálních obrazů omezeny určitým intervalem. Mohou se ale objevit i výsledky mimo přístupný interval jasů. Tento problém se vyřeší buď náhradou hodnot jasu vně intervalu jeho krajními hodnotami, nebo posunem (zhuštěním) jasové stupnice tak, aby odpovídala přípustným hodnotám.

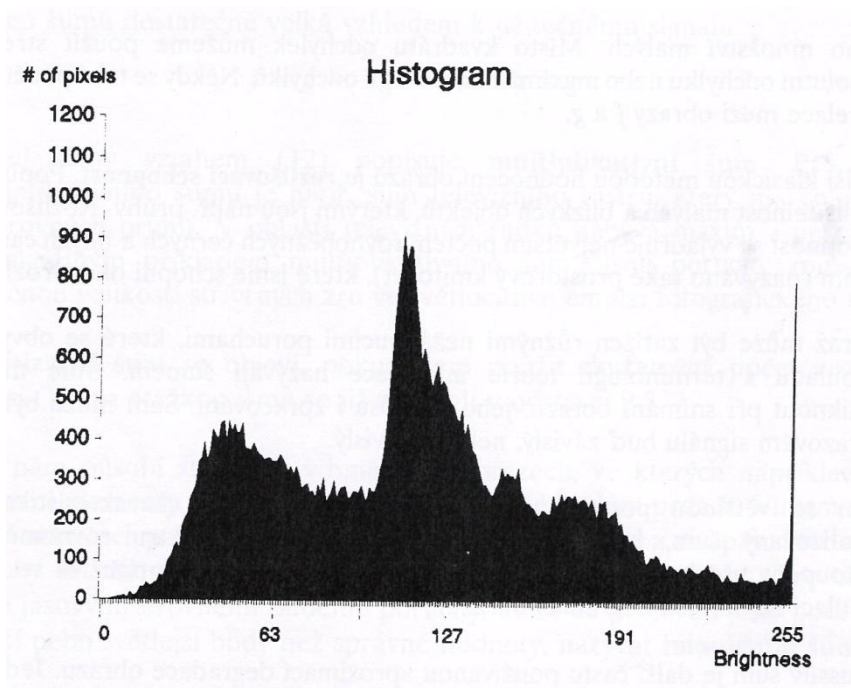
Bodovou jasovou transformací je také změna jasové stupnice. Transformace jasové stupnice nezávisí na poloze v obraze. Transformace T výchozí stupnice jasu p na novou stupnici q je dána vztahem $q = T(p)$ [15]

Obvyklé transformace stupnice ukazuje na obr. 20. Průběh a je negativ, průběh b zvyšuje kontrast a průběh c je prahování.



Obr. 20: Obvyklé transformace jasové stupnice [15]

V praxi je transformace jasové stupnice důležitá pro úpravy obrazu, které umožní pozorovateli snazší popis a interpretaci zkoumaného obrazu. Představu o rozdělení jasových úrovní v digitálním obraze získáme pomocí - histogramu. Nejčastěji se histogram zobrazuje jako sloupcový diagram (viz. obr. 21) a často je jedinou ucelenou informací o obraze. Histogram jasu je vektor H s počtem složek rovným počtu jasových úrovní. Hodnota každé složky odpovídá četnosti bodů příslušného jasu v obraze [15].



Obr. 21: Histogram [15]

Lze ho použít při nastavování podmínek pro snímání a digitalizaci, při změnách jasové stupnice a při segmentaci obrazu na objekty a okolí. Zatímco jednomu obrazu odpovídá jeden histogram, jednomu histogramu může odpovídat několik obrazů. Například při změně polohy objektu na pozadí o konstantním jasů se histogram nezmění. Histogram digitalizovaného obrazu má spoustu lokálních minim a maxim, které mohou komplikovat jeho další aplikaci. K odstranění těchto komplikací se histogram jasu vyhlazuje. Vyhlazování pracuje na průměrování sousedních prvků pole s histogramem. Po vyhlazení histogramu jsou jasové úrovně zastoupeny přibližně početně stejně. V blízkosti maxim histogramu se zvýší kontrast pro jasové úrovně, zatímco blízkosti minim histogramu se kontrast pro jasové úrovně sníží.

Další metodou předzpracování, která pro výpočet jasu bodu ve výstupním obraze využívá jen lokálního okolí bodu ve vstupním obraze je filtrace. Filtrace převádí hodnoty jasu vstupního obrazu na jiné hodnoty jasu výstupního obrazu, tak aby se zvýraznila nebo potlačila některá jeho vlastnost. Nejčastěji se filtrací vyhlazuje šum v obraze. Obyčejné průměrování filtruje obraz tím, že nový jas bodu přiřadí aritmetický průměr jasu bodů obdélníkového okolí. Potlačí se skvrny šumu menší, než je velikost okolí, které by mělo být menší než je nejmenší významný detail v obraze. Nevýhodou obyčejného průměrování je rozmazávání hran [15].

3.3 SEGMENTACE OBRAZU NA OBJEKTY

Třetí etapou je segmentace, která dokáže najít hledané objekty. Segmentace obrazu vede k analýze obsahu zpracovávaných obrazových dat. Člení obraz do částí, které mají úzkou souvislost s předměty či oblastmi reálného světa zachyceného na obraze.

Segmentace prahováním

Prahování je nejjednodušší, nejstarší a nejrychlejší segmentační postup. Je založeno na skutečnosti, že mnoho objektů či oblastí obrazu je charakterizováno konstantní odrazivostí či pohltivostí svého povrchu. Tím lze oddělit sledované objekty od pozadí využitím určené jasové konstanty prahu. Prahování je transformace vstupního obrazu na výstupní (segmentovaný) binární obraz. Hodnoty pixelů šedé stupnice (255 - 0) se rozdělí jen na nuly a jedničky. Binární obraz se skládá jen z nuly (bílá barva) nebo jedničky (černá barva). Element binárního obrazu se nazývá pixel (picture element). Objekty tvoří spojené pixely jednoho typu (černé) a pozadí tvoří druhý typ pixelů (bílé). Pro definici spojení pixelů se používá metoda nejbližších sousedů. Spojení se připouští přes strany i hrany (rohy). Nejmenší strukturní element obsahuje devět pixelů (3 řádky a 3 sloupce kolem centrálního pixelu). [16, 17]

3.4 POPIS OBJEKTŮ - porozumění obsahu obrazu

Čtvrtou operací při zpracování obrazu je popis nalezených objektů v obraze. Lze je popsat buď kvantitativně pomocí souboru číselných charakteristik a/nebo kvalitativně pomocí relací mezi objekty. Popis objektů záleží také na tom, k čemu se bude popis používat. Při finálním zpracování obrazu je porozumění jeho obsahu nezbytnou znalostí [15].

4 CÍLE PRÁCE

- 1) Charakteristika niklových superslitin a jejich struktury
- 2) Definice a popis obrazové analýzy
- 3) Aplikace obrazové analýzy při hodnocení struktury niklových superslitin
- 4) Možnosti praktického využití obrazové analýzy k hodnocení struktury

5 METODIKA EXPERIMENTŮ

5.1 POUŽITÝ MATERIÁL

Zkoumaným materiálem byla niklová superslitina INCONEL 713LC. Její tavba byla provedena vakuovou metalurgií. Materiál na analýzu byl dodán ve formě polotovarů. Z nich byly vyrobeny vzorky o průměru $d_0 = 5$ mm a délce $l_0 = 25$ mm. Chemické složení dodaného vzorku je uvedeno v tab. 3.

Tab. 3: Průměrné chemické složení zkoumaných vzorků

Prvek	Atest výrobce [hm%]	Analýza PBS [hm%]
Ni	Základ	Základ
C	0,045	0,04
Cr	11,63	11,52
Mo	4,24	4,43
Ti	0,75	0,83
Al	6,04	5,88
Si	0,10	< 0.05
Mn	0.05	< 0.05
Co	< 0.05	< 0.05
Cu	< 0.02	< 0.05
Fe	0.12	0.10
Nb, Ta	1.90	2.13
Zr	0.081	0.09
B	0.01	0.012
S	0.003	0.005
N [ppm]	8.00	7.00
O [ppm]	4.00	9.00

Vzorky byly vystaveny dlouhodobému creepu při teplotách 750 – 950 °C a napětí $\sigma = 130 - 480$ MPa. Při creepových zkouškách byla stanovena doba do lomu pro jednotlivé zatěžující podmínky.

Vzorky s označením HT byly odebrány příčným řezem ze závitových hlav, kde na ně působila jen teplota. Vzorky DL byly odebrány podélně k ose zatěžování z dřívků zkušebních tyčí, kde byly vystaveny teplotě i napětí působících při creepových zkouškách. Vzorky DT byly odebrány kolmo k ose zatěžování z dřívků zkušebních tyčí, které byly vystaveny teplotě i napětí působících při creepových zkouškách. Výsledky creepových zkoušek jsou uvedeny v tab. 4.

Vzorek	Stav vzorku
VST	Výchozí stav
7HT	Hlava příčný řez, při $t = 850^{\circ}\text{C}$, doba 196h
3HT	Hlava příčný řez, při $t = 850^{\circ}\text{C}$, doba 576h
19HT	Hlava příčný řez, při $t = 850^{\circ}\text{C}$, doba 1220h
9HT	Hlava příčný řez, při $t = 900^{\circ}\text{C}$, doba 697h
12HT	Hlava příčný řez, při $t = 950^{\circ}\text{C}$, doba 78h
16HT	Hlava příčný řez, při $t = 950^{\circ}\text{C}$, doba 536h
7DL	Dřík podélný řez, creep při $t = 800^{\circ}\text{C}$, $\sigma = 430 \text{ MPa}$, doba do lomu 196 h
3DL	Dřík podélný řez, creep při $t = 850^{\circ}\text{C}$, $\sigma = 270 \text{ MPa}$, doba do lomu 576 h
19DL	Dřík podélný řez, creep při $t = 850^{\circ}\text{C}$, $\sigma = 235 \text{ MPa}$, doba do lomu 1220 h
9DL	Dřík podélný řez, creep při $t = 900^{\circ}\text{C}$, $\sigma = 180 \text{ MPa}$, doba do lomu 697 h
12DL	Dřík podélný řez, creep při $t = 950^{\circ}\text{C}$, $\sigma = 180 \text{ MPa}$, doba do lomu 78 h
16DL	Dřík podélný řez, creep při $t = 950^{\circ}\text{C}$, $\sigma = 130 \text{ MPa}$, doba do lomu 536 h
19DT	Dřík příčný řez, creep při $t = 850^{\circ}\text{C}$, $\sigma = 235 \text{ MPa}$, doba do lomu 1220 h
16DT	Dřík příčný řez, creep při $t = 950^{\circ}\text{C}$, $\sigma = 130 \text{ MPa}$, doba do lomu 536 h

Tab. 4: Výsledky creepových zkoušek

Výsledky potvrzují, že s rostoucím zatížením se zkracuje doba do lomu.

5.2 PŘÍPRAVA EXPERIMENTÁLNÍCH VZORKŮ

Výbrusy všech výše uvedených vzorků se prováděly na zařízení firmy Struers Pedemin-2 na brusných papírech se zrnitostí 200, 400, 600 a 1200 vlhčených vodou. Po broušení následovalo hrubé leštění na otáčejícím se kotouči potaženém sukrem. Jako abrazivo byla použita diamantová pasta s velikostí zrn $3\mu\text{m}$. Naleptání se provedlo roztokem, složeného z HCl, H_2O_2 a etylalkoholu. Roztok byl použit v poměru: 65ml etylalkoholu + 35 ml HCl + 10 kapek H_2O_2 .

5.3 SVĚTELNÁ MIKROSKOPIE

Na připravených vzorcích se provedl metalografický rozbor na světelném mikroskopu Olympus GX7, při zvětšeních 50x, 100x a 500x. Dále proběhlo fotografování struktur materiálu pomocí digitálních fotokamer Olympus DP11 a DP 50. Fotografie byly poté zpracovány v programu Adobe Photoshop 7.0 CZ.

5.4 RASTROVACÍ ELEKTRONOVÁ MIKROSKOPIE

Pozorování struktury vzorků se provádělo na elektronovém rastrovacím mikroskopu PHILIPS XL30 EDAX s digitálním obrazem. Pro získání obrazu byly použity zpětně odražené sekundární elektrony (BSE), které dokážou rozlišit chemické složení a velmi dobře zobrazit reliéf. Při pozorování bylo použito urychlovací napětí 20 kV a zvětšení 2500x. Fotografie struktur byly nafoceny digitálními fotokamerami Olympus DP11 a DP 50. Zpracování fotografií se provedlo programem Adobe Photoshop 5.0 CZ. Od každého vzorku se poté vybralo 5 nejlepších snímků, které byly analyzovány obrazovou analýzou.

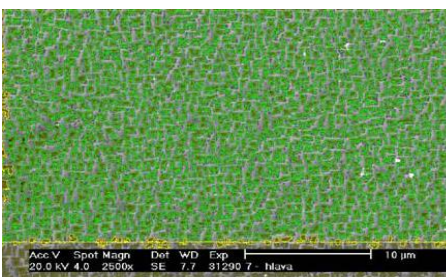
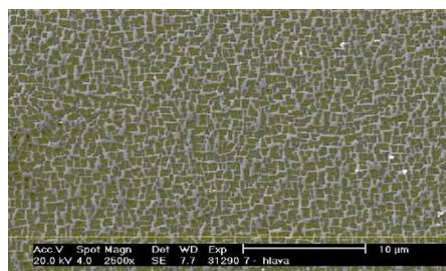
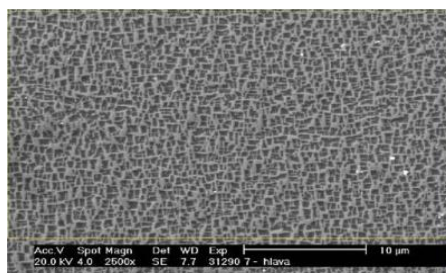
5.5 OBRAZOVÁ ANALÝZA

Obrazovou analýzou při hodnocení struktury lze potvrdit změny, které nastávají při creepu, např. změnu tvaru, velikosti a počtu částic. V tomto případě jde o částice fáze Ni_3Al (γ') v niklové superslitině Inconel 713 LC. Použit byl software NIS-Elements AR 2.30 od firmy Laboratory Imaging.

Prvním krokem při hodnocení struktury niklových superslitin v programu NIS-Elements AR 2.30 byla kalibrace velikosti měřené délky. Dále se provedlo omezení hodnot příznaků, kde byly nadefinovány minimální a maximální požadované hodnoty pro přesnější měření. Poté byl použit měřicí rámeček, který vymezuje měřenou oblast. Částice, dotýkající se spodního nebo levého okraje rámečku, se do analýzy nezapočítávaly. Ostatní částice ano.

Dalším krokem bylo vyvážení obrazu změnou kontrastu, vyhlazením atd. (obr. 22a). Poté se provedlo prahování, čímž se vstupní obraz transformoval na binární obraz (obr. 22b). Pak následovalo vlastní měření (obr. 22c), kdy program ohraničil a spočítal objekty, jejich rozměry, atd. Záleželo na subjektivním posouzení, zda jednotlivá zrna není třeba rozdělit ručně tužkou v editaci binárního obrazu, nebo jinak upravit.

Ilustrační snímky z postupné úpravy obrazu pomocí obrazové analýzy až po vlastní vyhodnocování jsou uvedeny na obr. 22.



Obr. 22 a,b,c: Postupná úprava obrazu pomocí obrazové analýzy

6 VÝSLEDKY EXPERIMENTŮ A JEJICH DISKUSE

Pomocí obrazové analýzy byla snaha dokázat, že předpoklad deformujících se precipitátů při tepelné a tepelně-napěťové expozici je správný. Výsledky obrazové analýzy nám ukazuje tabulka č.5.

vzorek	Plošný podíl částic [%]	Počet částic na měřenou plochu	Plocha	Průměrná délka ($\mu\text{m}/100$)	Průměrná šířka ($\mu\text{m}/100$)	Průměrná cirkularita
VST	0,45	2845	46,34	10,04	4,34	0,72
16 HT	0,39	650	197	61,3	3,10	0,55
7 DL	0,44	2696	47	14	3,18	0,66
7 HT	0,48	1609	86,2	21,1	3,34	0,61
9 HT	0,49	860	162,8	33,4	3,02	0,67
3 HT	0,5	1596	89,42	15,49	5,11	0,69
12 HT	0,48	1544	97,38	17,15	5,2	0,67
19 HT	0,44	993	130	32,7	2,21	0,57
3 DL	0,37	745	168	44,28	2,58	0,46
9 DL	0,47	320	398	69,8	3,27	0,59
12 DL	0,48	231	602,2	111,8	3,93	0,4
19 DL	0,35	504	154	60,2	3,08	0,41
16 DL	0,5	257	262	93,4	3,04	0,65
19 DT	0,44	730	118	42,3	3,10	0,56
16 DT	0,5	807	139	48,4	3,09	0,59

Tab. 5: Parametry naměřené pomocí obrazové analýzy

Naměřené hodnoty potvrzují předpoklad, že s rostoucí teplotou při creepové zkoušce dochází ke snížení počtu precipitátů ve struktuře materiálu. To je způsobeno koalescencí a spojováním precipitátů. Čím je vyšší pracovní teplota materiálu, tím delší precipitáty jsou. Plošný podíl částic se výrazně nemění.

Pro druhou část experimentu byly analyzovány vzorky 19 a 16 zároveň v podélném i v příčném řezu. Cílem bylo zjistit tvar precipitátů v niklových superslitinách při creepové zkoušce za vysokých teplot v 3D prostoru. Z pozorování zkoumaných vzorků v mikroskopu i z naměřených hodnot pomocí obrazové analýzy vyplývá, že precipitáty se protahují podle směru působícího napětí.

Výsledky z obrazové analýzy byly podrobeny dalším matematickým výpočtům.

1) Předpoklad

Tvar precipitátů ve 2D je nejpodobnější elipse. Budeme předpokládat tedy, že ve 3D prostoru by měl mít tvar elipsoidu.

2) Označení

a_1 ...hlavní poloosa elipsy v příčném řezu

b_1 ... vedlejší poloosa elipsy v příčném řezu

a_2 ... hlavní poloosa elipsy v podélném řezu

b_2 ... vedlejší poloosa elipsy v podélném řezu

$b = \min \{b_1, b_2\}$

$b^* = \max \{b_1, b_2\}$

Vzorek	plošný podíl částic	Počet objektů	plocha	délka ($\mu\text{m}/100$)	šířka	cirkularita
19 DT (příčný řez)	0,44	730	118	2. a_1 42,3	2. b_1 3,10	0,56
19 DL (podélný řez)	0,35	504	154	2. a_2 60,2	2. b_2 3,08	0,41
16 HT (podélný řez)	0,39	650	197	2. a_1 61,3	2. b_1 3,10	0,55
16 HT (příčný řez)	0,5	807	139	2. a_2 48,4	2. b_2 3,09	0,59

Tab. 6: Naměřené hodnoty

3) Výpočty

Ověření tvaru elipsy ve 2D:

Střední plocha řezu precipitátem v příčném řezu $S_1 = \pi \cdot a_1 \cdot b_1$

Střední plocha řezu precipitátem v podélném řezu $S_2 = \pi \cdot a_2 \cdot b_2$

19 DL příčný řez: $S_1 = \pi \cdot 21,15 \cdot 1,55 = 103 \cdot 10^{-4} \mu\text{m}^2$

19 DL podélný řez: $S_2 = \pi \cdot 30,1 \cdot 1,54 = 145 \cdot 10^{-4} \mu\text{m}^2$

$$16 \text{ HT příčný řez: } S_1 = \pi \cdot 24,2 \cdot 1,545 = 117 \cdot 10^{-4} \mu\text{m}^2$$

$$16 \text{ HT podélný řez: } S_2 = \pi \cdot 30,65 \cdot 1,55 = 149 \cdot 10^{-4} \mu\text{m}^2$$

Spočítaná střední plocha řezu precipitátem v příčném i v podélném řezu je podobná výsledkům z obrazové analýzy. Můžeme tedy předpokládat, že tvar precipitátů ve 2D je nejpodobnější elipse. Ve 3D prostoru by měl mít pak tvar elipsoidu.

Cirkularita

Budeme vycházet z předpokladu, že se jedná o podíl plochy zkoumané elipsy S , ku ploše kruhu S_e , který má stejný obvod jako tato elipsa.

V našem případě v příčném řezu platí:

$$\text{Plocha elipsy: } S = \pi \cdot a \cdot b_1$$

Odhad obvodu elipsy (přesný vzorec neexistuje):

$$o = \pi \cdot [1,5 (a+b_1) - (a \cdot b_1)^{0,5}]$$

$$\text{Plocha kruhu: } S_e = \pi \cdot r^2$$

$$\text{Obvod kruhu: } o = 2\pi \cdot r$$

$$\text{Poloměr kruhu mající stejný obvod jako elipsa: } r = o/2\pi$$

$$\text{Hledaná cirkularita: } c = S/S_e$$

Výpočet cirkularity v příčném řezu:

$$c = S/S_e = \pi \cdot a_1 \cdot b_1 / \pi \cdot r^2$$

$$c = a_1 \cdot b_1 / (o/2\pi)^2$$

$$c = a_1 \cdot b_1 \cdot 4 \pi^2 / o^2$$

$$c = a_1 \cdot b_1 \cdot 4 \pi^2 / \{\pi \cdot [1,5 (a_1+b_1) - (a_1 \cdot b_1)^{0,5}]\}^2$$

$$c_{19 \text{ DL}} = 21,15 \cdot 1,55 \cdot 4 \cdot \pi^2 / \{\pi \cdot [1,5 (21,15+1,55) - (21,15 \cdot 1,55)^{0,5}]\}^2 = 0,15$$

$$c_{16 \text{ HT}} = 24,2 \cdot 1,545 \cdot 4 \cdot \pi^2 / \{\pi \cdot [1,5 (24,2 + 1,545) - (24,2 \cdot 1,545)^{0,5}]\}^2 = 0,14$$

Výpočet cirkularity v podélném řezu:

$$c = S/S_e = \pi \cdot c \cdot b_2 / \pi \cdot r^2$$

$$c = a_2 \cdot b_2 / \{\pi \cdot [1,5 (a_2+b_2) - (a_2 \cdot b_2)^{0,5}]/2\pi\}^2$$

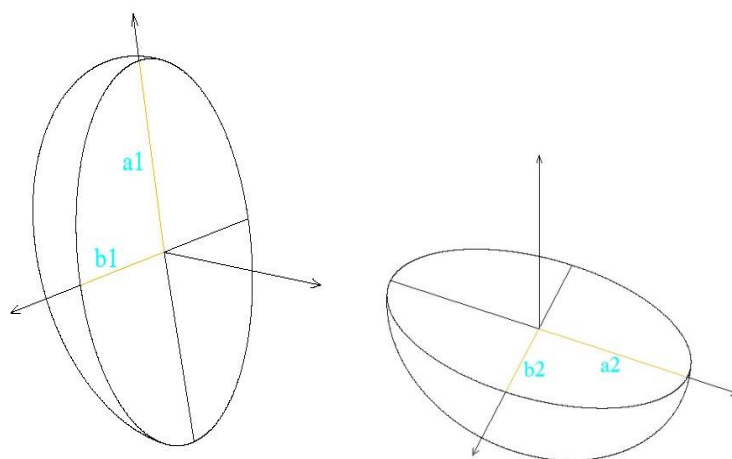
$$C_{19\text{ DL}} = 30,1 \cdot 1,54 \cdot 4 \cdot \pi^2 / \{\pi \cdot [1,5 (30,1 + 1,54) - (30,1 \cdot 1,54)^{0,5}]\}^2 = 0,11$$

$$C_{16\text{ HT}} = 30,65 \cdot 1,55 \cdot 4 \cdot \pi^2 / \{\pi \cdot [1,5 (30,65 + 1,55) - (30,65 \cdot 1,55)^{0,5}]\}^2 = 0,11$$

Výpočet cirkularity není stejný jako naměřené hodnoty cirkularity. Hlavním důvodem je natočení precipitátů o úhel Φ . Výpočet cirkularity však potvrdil, že v podélném řezu je cirkularita menší jak v řezu příčném.

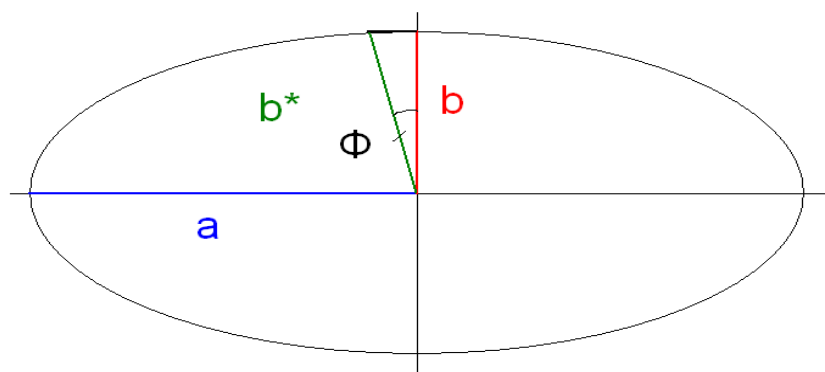
4) Orientace precipitátů

Pokud by platilo $b_1 = b_2$, řezy by vypadaly takto:



Obr. 23 a 24: Orientace precipitátů

Úsečky b_1 a b_2 by byly fyzicky totožné. Vzhledem k tomu, že hodnoty b_1 a b_2 nejsou totožné, vypadají řezy takto:



Obr. 25: Řez precipitátem

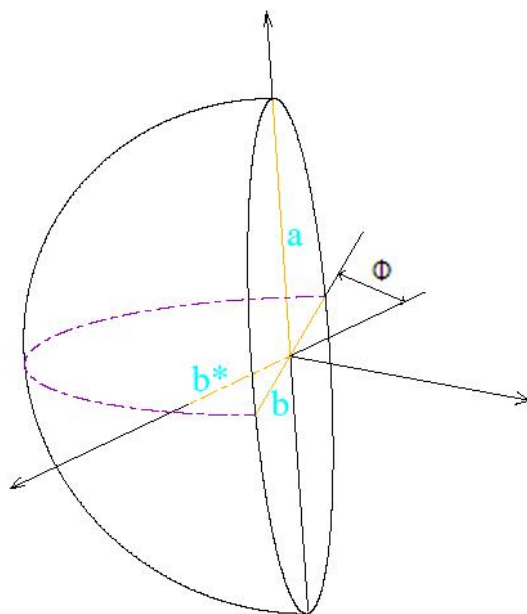
Jinými slovy, precipitát je natočen o úhel Φ vzhledem k rovině, ve které byl proveden řez vzorkem. Úhel natočení Φ spočítáme následujícím způsobem:

Tento úhel sice není pravý, nicméně pro malé úhly Φ a velmi protažené elipsy (obojí je splněno) se pravému úhlu téměř rovná.

Odtud: $\cos \Phi = b/b^*$

$$\Phi = \arccos b/b^*$$

Právě o tento úhel Φ jsou precipitáty natočeny vzhledem k rovině, ve které byl proveden řez.



Obr.26: Úhel natočení precipitátů

5) Objem elipsoidu precipitátů

$$V = 4/3 \pi \cdot a \cdot b \cdot c$$

- a) Objem výchozí stav vzorku – při předpokladu, že délka precipitátu a_1 a a_2 jsou totožné.

$$V = 4/3 \pi \cdot a_1 \cdot b \cdot a_2$$

$$V = 4/3 \pi \cdot 5,02 \cdot 2,17 \cdot 5,02 = 229 \cdot 10^{-6} \mu\text{m}^3$$

- b) Objem 19DL

$$V = 4/3 \pi \cdot a_1 \cdot b \cdot a_2$$

$$V = 4/3 \pi \cdot 21,15 \cdot 1,55 \cdot 30,1 = 4133 \cdot 10^{-6} \mu\text{m}^3$$

- c) Objem 16HT

$$V = 4/3 \pi \cdot a_1 \cdot b \cdot a_2$$

$$V = 4/3 \pi \cdot 30,65 \cdot 1,55 \cdot 24,2 = 4815 \cdot 10^{-6} \mu\text{m}^3$$

Výsledky výpočtu objemu potvrzují předpoklad, že objem částic γ' v základním stavu je mnohonásobně menší, než jejich objem při creepové zkoušce. Zvětšení objemu je způsobeno spojováním a hrubnutím těchto precipitátů. Oproti vzorku 19 působila na vzorek 16 vyšší teplota.

I při větším napětí i celkové době jeho působení je objem precipitátů u vzorku 16 o 16,5% větší než u vzorku 19. Čím je tedy vyšší pracovní teplota materiálu a napětí, tím mají precipitáty větší objem.

Výsledky z elektronové rastrovací mikroskopie, z obrazové analýzy a matematicky spočítaný model předpokládaného tvaru precipitátů γ' ukazuje, co se děje ve slitině Inconel 713LC při tepelné a tepelně-napěťové expozice. Vzorky v základním stavu byly porovnávány s vzorky při tepelné expozici za teplot 750 - 950°C a při tepelně - napěťové expozici za teplot 750 - 950°C , při napětí 480 - 130 MPa.

Vlivem tepelné expozice bez působení napětí (hlava zkušební tyče) dochází ke změnám v morfologii částic γ' . Malé původní precipitáty γ' se seskupují do skupinek, čímž dochází k jejich zhrubnutí a částečné sferoidizaci (zakulacení částic). U precipitátů γ' dochází k raftové morfologii. Tento jev je tím intenzivnější, čím vyšší je teplota zkoušky.

Vlivem tepelně-napěťové expozice (díky zkušebním tyčím) je proces spojování precipitátů do větších bloků ještě urychlen. Precipitáty se spojují do skupinek a vytvářejí řetízkoité struktury, tzv. rafting. Rafting je tím výraznější, čím je teplota a zatížení větší. Rozsah deformace precipitátů závisí na krystalografické orientaci jednotlivých zrn matrice vůči působícímu napětí a na mřížkové neshodě mezi fázemi γ' a γ .

Pomocí obrazové analýzy byly potvrzeny všechny výše zmiňované změny struktury. Objemový podíl částic γ' u zkoumaných vzorků se příliš nemění. Avšak roste-li teplota creepové zkoušky, snižuje se počet částic γ' měřených na jednotkové ploše. Jinými slovy řečeno, dochází ke spojování a hrubnutí těchto precipitátů.

V současné literatuře se mnoho studií zabývá deformací precipitátů a raftingem [18-21]. Vliv raftingu je popisován podobně, jak bylo zjištěno v předložené diplomové práci. Protahování a koalescence precipitátů γ' v niklových superslitinách je tím větší, čím vyšší je teplota a zatížení [19].

Rafting precipitátů γ' byl pozorován nejčastěji v materiálu s počáteční velikostí precipitátů γ' od 0,3 do 0,6 μm . Toto jsou rozměry většiny komerčně prodáváných monokrystalů superslitin [19]. Jsou to stejné rozměry precipitátů, které byly analyzovány v této práci.

Ve slitinách s menší či větší počáteční velikostí precipitátů, podstatné zesílení lamel raftové struktury nastává hlavně při napětí [19].

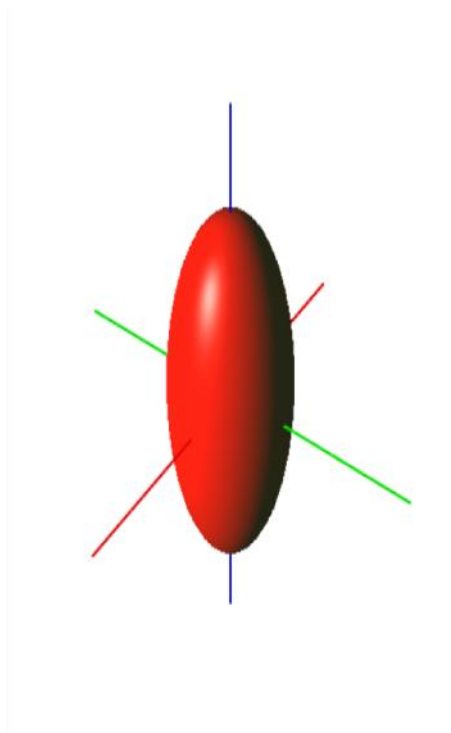
U velmi malých počátečních velikostí částic precipitátů může dojít k velkému zvětšení objemu ještě předtím, než se uskuteční samotný jev raftingu. Je to způsobeno působením vysoké teploty a tím vysokou rychlostí hrubnutí, protože rychlost hrubnutí je nepřímo úměrná druhé mocnině průměrné velikosti částic [19].

Naopak při velké počáteční velikosti γ' precipitátů bude hrubnutí částic méně významné. To, že se tloušťka γ' raftů vytvořila z velkých počátečních precipitátů γ' , úzce souvisí s procesem směrové koalescence. Směrová koalescence během procesu začíná až po určitém množství deformace, která byla nahromaděna, aby částečně uvolnila mřížkové napětí. To znamená, že velikost γ' precipitátů v době, kdy začíná rafting, bude obecně větší, než původní počáteční délka γ' precipitátů [19]. Tento předpoklad potvrzují i výsledky obrazové analýzy uvedené v tabulce č.5.

Hlavní hrubnutí precipitátů γ' nastává kolmo na tahové napětí, zatímco jejich tendence růstu je paralelně na směr působícího napětí při zatěžování [19].

Matematicky spočítaný model předpokládaného tvaru precipitátů γ' také potvrdil, že částice díky raftingu mají protáhlý tvar, nejpodobnější ve 2D elipse a ve 3D elipsoidu. Spočítaná cirkularita se mírně liší od naměřených hodnot, což lze přisoudit natočení precipitátů o úhel Φ . Výpočet cirkularity však potvrdil, že v podélném řezu je cirkularita menší než v řezu příčném.

Potvrzen byl i předpoklad, že vliv spolupůsobícího napětí je výrazně vyšší než působení teploty samotné.



Obr. 27: Přibližně namodelovaný tvar precipitátů

7 ZÁVĚR

Tato diplomová práce byla zaměřena na studium a vyhodnocení mikrostruktury niklových superslitin ve výchozím stavu a po tepelné a tepelně-napěťové expozici obrazovou analýzou a následné ověření matematickými výpočty.

Ze strukturní analýzy je patrné, že účinkem tepelné expozice bez působení napětí se mění morfologie částic γ' . Malé původní precipitáty γ' se seskupují do skupinek, což má za následek jejich zhrubnutí a částečnou sferoidizaci (zakulacení částic). Dochází tak k raftové morfologii precipitátů γ' . S rostoucí teplotou zkoušky jsou změny výraznější.

Vlivem tepelně-napěťové expozice je proces spojování precipitátů do větších bloků ještě urychlen. Precipitáty se spojují do skupinek a vytvářejí řetízkovité struktury, tzv. rafting. Rafting je tím výraznější, čím je teplota a zatížení větší.

Všechny výše popsané změny struktury potvrdila obrazová analýza i matematické výpočty modelu precipitátů γ' . Z výsledků obrazové analýzy plyne, že objemový podíl částic γ' se příliš nemění. Avšak při rostoucí teplotě creepové zkoušky, se snižuje počet částic γ' měřených na jednotkové ploše. Je to způsobeno spojováním a hrubnutím těchto precipitátů. Čím je vyšší pracovní teplota materiálu, tím delší precipitáty jsou. Plošný podíl částic se výrazně nemění.

Předpoklad, že velikost γ' precipitátů v době, kdy začíná rafting, bude obecně větší, než původní počáteční délka γ' precipitátů, potvrzují výsledky obrazové analýzy této diplomové práce.

Matematicky spočítaný model předpokládaného tvaru precipitátů γ' také prokázal, že částice díky raftingu mají protáhlý tvar, nejpodobnější ve 2D elipse a ve 3D elipsoidu.

8 LITERATURA

- [1] SAUNDERS, N. et al.: Modeling the Material Properties and Behavior of Ni-based Superalloys. In: Superalloys 2004. Eds.: GREEN, A., K. et al., TMS, Warrendale, 2004,
- [2] HAKL, J., VLASÁK, T.: vývoj žárovevné Ni slitiny pro lopatky plynových turbín se zvýšenými požadavky na životnost a provozní spolehlivost. Zpráva č. 031 0011a. Praha: SVÚM a.s., 2000.
- [3] HERNAS, A., JONŠTA, Z.: Žárupevné oceli a slitiny. ZUSI, Žilina, 2002.
- [4] NĚMEC, K.: Vliv podmínek zatěžování na strukturu a vlastnosti litých niklových superslitin. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2005.
- [5] ŠVEJCAR, J.: Přednášky z předmětu Funkční a nanostrukturní materiály 2008 – 2009.
- [6] DONACHIE, M.J., DONACHIE, S.J.: Superalloys - A Technical Guide, second edition. ASM International, 2002.
- [7] PODRÁBSKÝ, T., Přednášky z předmětu Struktura a vlastnosti inženýrských materiálů 2008 – 2009.
- [8] PTÁČEK, L.: Nauka o materiálu I. Brno: CERM S.r.o., 2001.
- [9] KRUML, T.: Přednášky z předmětu Dislokace a plastická deformace, 2008 - 2009.
- [10] FÖLL, Helmut. Interactions Between Dislocations [online]. [2004]
- [11] PTÁČEK, L.: Nauka o materiálu II. Brno: CERM S.r.o., 2002.
- [12] PODRÁBSKÝ, T., HRBÁČEK, K.: Vliv podmínek zatěžování na substrukturu lité slitiny Inconel 713 LC. In: 10-th International Metallurgical and Materials conference METAL 2003, Hradec nad Moravicí, May 2003.
- [13] VLACH, B.: Přednášky z předmětu Metody zkoušení materiálů, 2006 -2007.
- [14] MACHÁČEK, J.: Přednášky z předmětu Fyzika 2, 2004 – 2005
- [15] ŠONKA, M., Hlaváč, V.: Počítačové vidění, Grada 1992
- [16] SERRA, J.: Image Analysis and Mathematical Morphology, Academic Press, London
- [17] RUSS, JOHN C.: The image processing handbook, CRC Press 1995

- [18] SUJATA, M., et al. Identification of failure mechanisms in nickel superalloy turbine blades through microstructural study. *Engineering Failure Analysis*. 2010, 17, s. 1436-1446.
- [19] CHEN, W. ; IMMARIGEON, J-P. . THICKENING BEHAVIOUR OF γ' PRECIPITATES IN NICKEL BASE SUPERALLOYS DURING RAFTING : Structures, Materials and Propulsion Laboratory, Institute for Aerospace Research, National Research Council of Canada, Ottawa, Canada K1A 0R6. *Scripta Materialia*. 1998, 39, s. 167–174.
- [20] PYCZAK, F., et al. The influence of different alloying elements of the development of the γ/γ' microstructure of nickel - base superalloys during high-temperature annealing and deformation. *Acta materialia*. 2005, 53, s. 3879-3891.
- [21] ICHITSUBO, Tetsu, et al. Elastic anisotropy of rafted Ni-base superalloy at high temperatures. *Acta materialia*. 2003, 51, s. 4863-4869. [22] CARON, P., KHAN, T.: *Mater. Sci. Eng.* 61, 173 (1983)